



NORMA MEXICANA

NMX-F-139-SCFI-2010

**CAFÉ PURO SOLUBLE, SIN DESCAFEINAR O
DESCAFEINADO - ESPECIFICACIONES Y MÉTODOS
DE PRUEBA (CANCELA A LA NMX-F-139-SCFI-2004)**

**PURE COFFEE SOLUBLE WITHOUT DECAFFEINATED OR
DECAFFEINATED – SPECIFICATIONS AND TEST
METHODS**



NMX-F-139-SCFI-2010

PREFACIO

En la elaboración de la presente norma mexicana participaron las siguientes empresas e instituciones:

- AGROINDUSTRIAS UNIDAS DE MÉXICO, S.A DE C. V.
- ASOCIACIÓN MEXICANA DE LA CADENA PRODUCTIVA DEL CAFÉ, A.C.
- ASOCIACIÓN MEXICANA DE EXPORTADORES DE CAFÉ, A. C.
- ASOCIACIÓN NACIONAL DE LA INDÚSTRIA DEL CAFÉ, A.C.
- CAFINCO, S.A, DE C. V.
- CAFIVER, S.A DE C. V.
- COMITÉ TÉCNICO DE NORMALIZACIÓN NACIONAL PARA CAFÉ Y SUS PRODUCTOS
- DESCAFEINADORES MEXICANOS, S. A. DE C. V.
- NESTLÉ MÉXICO, S.A. DE C. V.
- INSTITUTO MEXICANO DE NORMALIZACIÓN Y CERTIFICACIÓN, A.C.
- INSTITUTO NACIONAL DE INVESTIGACIONES FORESTALES, AGRÍCOLAS Y PECUARIAS
- PROMOTORA AGROPECUARIA DE MÉXICO
- SABORMEX, S. A DE C. V.
- SECRETARIA DE AGRICULTURA, GANADERIA, DESARROLLO RURAL, PESCA Y ALIMENTACIÓN.
Subsecretaría de Agricultura.
Dirección General de Fomento a la Agricultura.
- SECRETARÍA DE ECONOMIA.
Dirección General de Normas.
- SOCIEDAD MEXICANA DE NORMALIZACIÓN Y CERTIFICACIÓN, S.C.



ÍNDICE DEL CONTENIDO

Número del capítulo		Página
1	OBJETIVO	1
2	CAMPO DE APLICACIÓN	1
3	REFERENCIAS	2
4	DEFINICIONES	3
5	CLASIFICACIÓN Y DESIGNACIÓN DEL PRODUCTO	5
6	ESPECIFICACIONES	5
7	MUESTREO	9
8	MÉTODOS DE MUESTRA	9
9	ENVASADO	41
10	VIGENCIA	42
11	BIBLIOGRAFÍA	42
12	CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES	45



NORMA MEXICANA

NMX-F-139-SCFI-2010

CAFÉ PURO SOLUBLE, SIN DESCAFEINAR O DESCAFEINADO - ESPECIFICACIONES Y MÉTODOS DE PRUEBA (CANCELA A LA NMX-F-139-SCFI-2004)

PURE COFFEE SOLUBLE WITHOUT DECAFFEINATED OR DECAFFEINATED – SPECIFICATIONS AND TEST METHODS

1 OBJETIVO

Esta norma mexicana establece las especificaciones de calidad del café puro soluble, sin descafeinar o descafeinado.

2 CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma mexicana aplicable al café puro soluble, sin descafeinar o descafeinado, independientemente del proceso de descafeinado por el cual fue obtenido e indistintamente del mercado al cual sea destinado.

La Dirección General de Normas de la Secretaría de Economía aprobó la presente norma, cuya declaratoria de vigencia fue publicada en el Diario Oficial de la Federación el:



3 REFERENCIAS

Para la correcta aplicación de esta norma mexicana se deben consultar las siguientes normas oficiales mexicanas y normas mexicanas vigentes o las que las sustituyan:

NOM-051-SCFI/SSA1-2010	Especificaciones generales de etiquetado para alimentos y bebidas no alcohólicas preenvasados – Información comercial y sanitaria. Publicada en el Diario Oficial de la Federación el 5 de abril de 2010.
NOM-111-SSA1-1994	Bienes y servicios. Método para la cuenta de mohos y levaduras en alimentos, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 13 de septiembre de 1995.
NOM-113-SSA1-1994	Bienes y servicios. Método para la cuenta de microorganismos coliformes totales en placa, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 25 de agosto de 1995.
NOM-116-SSA1-1994	Bienes y servicios. Determinación de humedad en alimentos por tratamiento térmico. Método por arena o gasa, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 10 de agosto de 1995.
NMX-F-013-SCFI-2010	Café puro tostado en grano o molido, sin descafeinar o descafeinado - Especificaciones y métodos de prueba. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 5 de febrero de 2010.
NMX-F-107-SCFI-2008	Café Verde en sacos – Muestreo. Declaratoria de Vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 1 de julio de 2008.
NMX-F-129-SCFI-2008	Café Verde – Preparación de las muestras para su uso en análisis sensorial. Declaratoria de Vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 1 de julio de 2008.



NMX-F-158-SCFI-2008	Café verde – Inspección Olfativa y Visual – Determinación de defectos y materia extraña. Declaratoria de Vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 1 de julio de 2008.
NMX-F-374-SCFI-1983	Alimentos – Almidón – Determinación cualitativa (Prueba de Lugol) – Método de prueba. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 13 de junio de 1983.
NMX-F-551-SCFI-2008	Café verde – Especificaciones, preparaciones y evaluación sensorial. Declaratoria de Vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 18 de febrero de 2009.
NMX-F-552-SCFI-2009	Café verde descafeinado - Especificaciones y métodos de prueba. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 12 de noviembre de 2009.
NMX-F-586-SCFI-2008	Café y sus Productos – Vocabulario. Declaratoria de Vigencia publicada el 16 de diciembre de 2008.

4 DEFINICIONES

Para efectos de la aplicación de la presente norma mexicana además de consultar las definiciones incluidas en las normas mexicanas NMX-F-013-SCFI-2010, NMX-F-551-SCFI-2008, NMX-F-552-SCFI-2009 y NMX-F-586-SCFI-2008 (véase 3 Referencias) se establecen las siguientes:

4.1 Café puro soluble:

Son los sólidos solubles en agua obtenidos del extracto del café puro, sin descafeinar o descafeinado, utilizando métodos físicos y agua como agente extractor y único componente que no es derivado del café (véase nota 1).

NOTA 1: Para el caso de café puro soluble descafeinado, puede presentar un residual de solventes clorados originados del proceso de descafeinado del grano de café.



4.2 Café puro soluble sólido:

Es el café puro soluble con un contenido mínimo de sólidos de 95 % que de acuerdo a su aspecto físico o proceso de obtención se puede presentar en polvo, aglomerado, liofilizado entre otros.

4.3 Café puro soluble líquido:

Es el café puro soluble con un contenido máximo de sólidos solubles de 69 %.

4.4 Café puro soluble en pasta:

Es el café puro soluble con un contenido de sólidos solubles de 70 % a 85 %.

4.5 Calidad del café en taza:

Conjunto de características organolépticas propias del café: aroma; acidez; cuerpo; sabor y color (véase nota 2) que al realizar una infusión o una disolución se pueden determinar por los órganos de los sentidos.

NOTA 2: En café soluble el color se evalúa o aprecia, pero no se considera un parámetro de calidad.

4.6 Catación:

Es el proceso y técnica de degustar y clasificar el café.

4.7 Disolución:

Bebida que resulta de disolver el café soluble en agua a punto de ebullición.

4.8 Moda:

Es el valor que se presenta con mayor frecuencia en una serie de datos o en un resultado de una determinación específica.

4.9 Repetibilidad:

Es la diferencia entre dos determinaciones efectuadas una después de otra, con el mismo método, por el mismo analista, con la misma muestra y con los mismos aparatos, la cual no debe diferir de los valores indicados para cada método de prueba.



4.10 Reproducibilidad:

Es la diferencia en el resultado de dos determinaciones llevadas a cabo utilizando el mismo método, el mismo material de muestra, en distintos laboratorios con operadores y equipos diferentes, la cual no debe diferir de los valores indicados para cada método de prueba.

5 CLASIFICACIÓN Y DESIGNACIÓN DEL PRODUCTO

El producto objeto de la aplicación de este proyecto de norma por su contenido de sólidos solubles se clasifica en:

- Café puro soluble sólido.
- Café puro soluble líquido.
- Café puro soluble en pasta.

6 ESPECIFICACIONES

6.1 Humedad

El producto objeto de la aplicación de esta norma mexicana para la presentación en sólido indicada en el capítulo 5 Clasificación y designación del producto, debe tener un contenido máximo de humedad del 5 %, lo que se verifica de acuerdo a lo establecido en 8.1.

6.2 Sólidos solubles

El producto objeto de la aplicación de este proyecto de norma para la presentación en líquido o en pasta indicadas en el capítulo 5 clasificación y designación del producto, debe tener el contenido de sólidos solubles que a continuación se indica, y que se verifican de acuerdo a lo establecido en el inciso 8.9.

- Café puro soluble líquido: 69 % de sólidos máximo.
- Café puro soluble en pasta: 70 % a 85 % de sólidos.

6.3 Físicoquímicas

El producto objeto de esta norma en cualquiera de sus clasificaciones, debe cumplir con las especificaciones indicadas en la tabla 1, las cuales se verifican de acuerdo a lo establecido en 8.1, 8.2, 8.3, 8.4, 8.5, 8.6, 8.7, 8.8, y 8.9.

TABLA 1.- Especificaciones físicoquímicas del café puro soluble sin descafeinar o descafeinado

Parámetro	Especificación
pH (solución al 1%)	4,2 - 5,5
Cenizas (b.h)	11,0 % Máx.
Cafeína:	
Soluble sin descafeinar (b.s)	1.8 % Mín.
Soluble descafeinado (b.s)	0.3 % Máx.
Almidones (prueba de lugol)	Negativo
Solventes residuales clorados, 10 partes por millón (véase nota 3)	0.001 % Máx.
Perfil de carbohidratos	
Glucosa total (b.s)	2.6 %Máx.
Xilosa total (b.s)	0.6% Máx.
Fructosa libre (b.s)	1.0 % Máx

NOTA 3: Aplica solamente para el producto descafeinado obtenido de café verde o tostado, previamente descafeinado (véase 8.8).

6.4 Partículas insolubles

Corresponde a las partículas que flotan o se sedimentan en la bebida de café soluble, siendo una característica propia de cada producto.

La cantidad y tamaño de las partículas que se observen del filtrado de la disolución del producto objeto de la aplicación de esta norma en cualquiera de sus clasificaciones, se agrupan en cuatro "notas" como se indica en la tabla 2 y se representa en la figura 1.

Lo anterior se verifica de acuerdo a lo establecido en 8.6.

TABLA 2.- Partículas insolubles en café puro soluble descafeinado y sin descafeinar

"nota"	Identificación	
1	Limpio	A
2	Bueno	B
3	Aceptable	C
4	Sedimentos en exceso	D

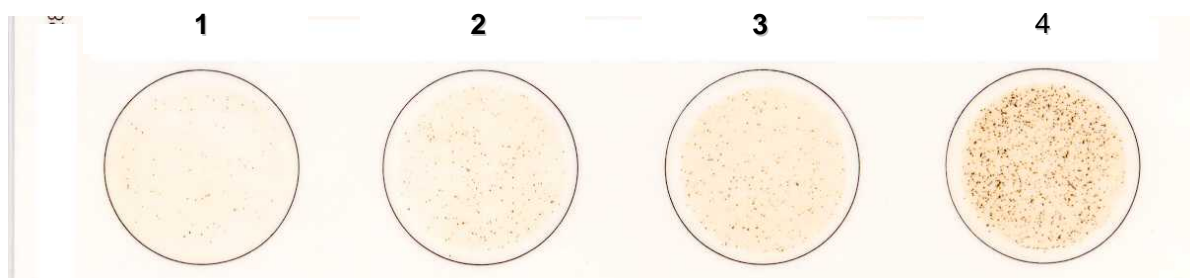


FIGURA 1.- Partículas insolubles en café puro soluble descafeinado y sin descafeinar

6.5 Sensoriales

La disolución preparada con el producto objeto de esta norma mexicana en cualquiera de sus clasificaciones, debe tener sabor y olor característico a café soluble puro y cumplir con las especificaciones indicadas en la tabla 3, lo que se verifica de acuerdo a lo establecido en el inciso 8.10.

Tabla 3.- Especificaciones sensoriales del café puro soluble sin descafeinar o descafeinado

Calidad Sensorial	Intensidad (véase nota 4 y nota 5)			
	Aroma	Cuerpo	Acidez	Sabor
Óptima	3 - 5	2 - 5	0 - 5	3 - 5
Buena	2 - 5	1 - 5	0 - 5	2 - 5
Aceptable	2 - 5	0 - 5	0 - 5	1 - 5

NOTA 4: La descripción de las distintas calidades sensoriales especificadas para los productos objeto de este proyecto de norma corresponden a café soluble elaborado con granos del género *Coffea*, sin distinción de especies y procesos, calificándose como:

Óptima: Las características sensoriales más elevadas de su tipo y cumple con todos los intervalos que le corresponden de la tabla 3.

Buena: Las características sensoriales intermedias de su tipo y cumple con todos los intervalos que le corresponden de la tabla 3.

Aceptable: Las características sensoriales más bajas de su tipo y cumple con todos los intervalos que le corresponden de la tabla 3.

NOTA 5: La intensidad de los parámetros se describe a continuación:

	AROMA		CUERPO		ACIDEZ		SABOR
0	Dañado	0	Ligero	0	Ausente	0	Impuro
1	Impuro	1	Medio	1	Débil	1	Ordinario
2	Débil	2	Regular	2	Ligera	2	Débil
3	Notorio	3	Bueno	3	Media	3	Medio
4	Completo	4	Fuerte	4	Pronunciada	4	Pronunciado
5	Rico	5	Completo	5	Completa	5	Completo



6.6 Microbiológicas

El producto objeto de la aplicación de esta norma en cualquiera de sus clasificaciones y designaciones deben cumplir con las siguientes especificaciones microbiológicas, las cuáles se verifican de acuerdo a lo establecido en el inciso 8.11.

- Coliformes totales: menor a 50 UFC/g
- Hongos y levaduras: menor a 100 UFC/g

6.7 Contaminantes químicos y biológicos

El producto objeto de la aplicación de esta norma en cualquiera de sus clasificaciones y designaciones, no debe presentar contaminantes químicos y biológicos que pongan en riesgo la salud del consumidor, ni residuos de plaguicidas o sustancias químicas fuera de los límites que establece la Secretaría de Salud.

6.8 Materia extraña objetable

El producto objeto de la aplicación de esta norma no debe presentar ninguna materia extraña distinta al café soluble.

7 MUESTREO

Para el muestreo del producto, los niveles de inspección pueden ser establecidos de común acuerdo entre productor y comprador, recomendándose el uso de las norma mexicana NMX-F-107-SCFI-2008 (véase 3 Referencias).

Para la preparación de las muestras para su uso en análisis sensorial se recomienda la norma mexicana NMX-F-129-SCFI-2008 (véase 3 Referencias).

8 MÉTODOS DE PRUEBA

8.1 Determinación de humedad

8.1.1 Resumen



Este método se basa en el secado de una muestra de café soluble a una temperatura de 70 °C por 16 h bajo presión reducida de 5 000 Pa, cuidando no sobrepasar la temperatura para evitar descomposición de carbohidratos

presentes en el café soluble que provocaría formación de agua como reacción del producto.

8.1.2 Aparatos y materiales

- Estufa Isotérmica de vacío, con calentamiento térmico ajustable, de tal manera que la temperatura de los anaqueles pueda ser controlada a $70\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$.
- Estufa con calentamiento para operar a temperatura controlada de $103\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$.
- Bomba de vacío, para reducir la presión de la estufa isotérmica a $5\ 000\text{ Pa} \pm 100\text{ Pa}(1)$.

NOTA 6: $5\ 000\text{ Pa} = 500\text{ N/m}^2 = 50\text{ mbar} = 37.5\text{ mm Hg}$.

- Cajas de aluminio, acero inoxidable o vidrio de 50 mm de diámetro y 30 mm de altura, con tapa ajustable.
- En caso de no contar con aire seco: 2 frascos lavadores de vidrio, llenos con glicerol, para formar un caudal de burbujas y dos torres secantes de vidrio con desecante.
- El caudal de burbujas y el sistema de secado se conectan en serie con la estufa de vacío, las torres secantes se colocan entre la estufa de vacío y el caudal de burbujas.
- Desecador con desecante eficiente por ejemplo óxido de fósforo o sílica de gel fresco.
- Balanza analítica con precisión de 0,1 mg.

8.1.3 Procedimiento

La prueba debe hacerse por duplicado.

8.1.3.1 Preparación de las cajas

- a) Secar la caja y su tapa por 1 h en la estufa a $103\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$,
- b) Sacar la caja y su tapa e introducirlas de inmediato en el desecador y enfriar a temperatura ambiente por 30 min.
- c) Pesar la caja y su tapa con una precisión de $\pm 0,1\text{ mg}$.

8.1.3.2 Preparación de la muestra

- a) Tomar una muestra representativa (véase 7 Muestreo).
- b) Colocar una porción de muestra de 3 g dentro de la caja preparada y extenderla uniformemente.
- c) Tapar y pesar la caja con una precisión de $\pm 0,1$ mg.
- d) Colocar dentro de la estufa la caja que contiene la muestra colocando la tapa a un lado de la caja; cerrar y establecer la temperatura de la estufa a $70^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ y reducir la presión lentamente a $5\ 000\ \text{Pa} \pm 100\ \text{Pa}$ (por lo menos durante 2 min) usando la bomba de vacío. Dejar que entre lentamente el aire seco a la estufa mediante el sistema de secado, de tal forma que pase una burbuja por segundo a través del caudal de burbujas.
- e) Secar por $16\ \text{h} \pm 0,5\ \text{h}$ manteniendo la corriente de aire seco. Al final del periodo de secado dejar que el aire entre a la estufa lentamente (de 2 min a 3 min) para evitar cualquier turbulencia de aire que pueda llevarse de la caja parte del producto.
- f) Abrir la estufa, tapar bien las cajas y colocarlas en el desecador, dejar enfriar a temperatura ambiente, por lo menos 25 Min y pesar con una precisión de $\pm 0,1$ mg.

8.1.4 Expresión de resultados

Tomar como resultado la media aritmética de las dos determinaciones.

$$\% \text{ de humedad} = \frac{m1 - m2}{m1 - m0} (100)$$

Donde:

- m0: es la masa en gramos de la caja y tapa vacía;
- m1: es la masa en gramos de la caja, tapa y la muestra húmeda, y
- m2: es la masa en gramos de la caja, tapa y la muestra seca.

8.1.5 Repetibilidad

No debe exceder de $0,1\ \text{g}/100\ \text{g}$ de muestra.



8.1.6 Reproducibilidad

No debe exceder de 0,45 g/100 g de muestra.

8.1.7 Informe de la prueba

Debe incluir los siguientes datos:

- Identificación de la muestra, señalando marca, nombre del fabricante, tipo de café, presentación;
- Número de lote;
- Resultado obtenido considerando la especificación de los incisos 6.1 ó 6.2 de esta norma;
- Cualquier desviación del procedimiento descrito;
- Cualquier anomalía durante el desarrollo de la prueba, y
- Fecha de la determinación y nombre del certificador y/o analista o evaluador.

8.2 Determinación del contenido de cenizas

8.2.1 Resumen

Es el calentamiento de una muestra hasta la calcinación completa, para determinar el contenido de cenizas.

8.2.2 Aparatos y materiales

- Campana de extracción;
- Balanza analítica con sensibilidad de 0,000 1 g;
- Mufla con termostato;
- Mechero de Bunsen;
- Estufa de 100°C-110°C con termostato y termómetro;
- Crisoles de porcelana;
- Desecador;
- Tripie de fierro;
- Triángulo de porcelana;
- Rejilla de asbesto;
- Pinzas para crisol, y
- Espátula.

8.2.3 Procedimiento

- a) Tomar una muestra representativa (véase 7 Muestreo). La prueba debe hacerse por duplicado.

- b) En un crisol a peso constante, poner de 3 g a 4 g de muestra.
- c) Se colocan los crisoles con muestra sobre la flama del mechero y se incinera lentamente, evitando la proyección de la muestra fuera del crisol.
- d) Se enciende la campana de extracción para eliminar el humo desprendido por la muestra.
- e) Se calienta la muestra hasta que ya no desprenda humo y esté completamente carbonizada.
- f) Se llevan los crisoles con la muestra a la mufla y se efectúa la calcinación completa a 550°C - 570°C por 5 h, hasta obtener un color gris claro en las cenizas.
- g) Los crisoles se dejan enfriar en la mufla y se transfieren a la estufa por 1 h a 90°C.
- h) En caso de que las cenizas después de la calcinación no presenten el color gris claro característico, rehidratarlas e introducir las nuevamente a la mufla hasta obtener el color característico.
- i) Se colocan dentro del desecador para que se enfríen completamente.
- j) Se pesan los crisoles con las cenizas y se registra su peso.

8.2.4 Expresión de resultados

- a) Obtener el promedio de las dos determinaciones.
- b) Calcular el porcentaje de cenizas con la siguiente fórmula:

$$\% \text{ Cenizas (base húmeda)} = \frac{(M1 - M2)}{M} (100)$$

Donde:

- M1: es el peso del crisol con cenizas en g;
- M2: es el peso del crisol vacío en g, y
- M: es el peso de la muestra en g.

8.2.5 Repetibilidad

No debe exceder de 0,1 g/100 g de muestra.

8.2.6 Reproducibilidad



No debe exceder de 0,3 g/100 g de muestra.

8.2.7 Informe de la prueba

El informe de la prueba debe incluir los datos establecidos en 8.1.7; reportando el resultado de acuerdo a lo indicado en la tabla 1 (véase 6.3).

8.3 Determinación de almidones

La presencia de almidones se determina siguiendo el método de prueba indicado en la norma mexicana NMX-F-374-SCFI-1983 (véase 3 Referencias), aplicando los incisos que en la descripción de este método se mencionan.

8.3.1 Resumen

El método se basa en la identificación cualitativa de la presencia de almidón por la aparición de una coloración azul al combinarse la muestra con gotas de lugol cuando ésta contiene almidón.

8.3.2 Reactivos y materiales

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico, cuando se indique agua, debe entenderse que es agua destilada.

- Yodo;
- Yoduro de potasio (para la preparación del lugol);
- Preparación del lugol: Disolver 1 g de yodo en 2 g de yoduro de potasio y un poco de agua y se afora a 200 mL;
- Matraz aforado de 200 mL;
- Matraz Erlenmeyer de 250 mL;
- Parrilla eléctrica, y
- Placa de porcelana.

8.3.3 Procedimiento

- a) Pesar un gramo de muestra en un matraz Erlenmeyer.
- b) Añadir 200 mL de agua.
- c) Colocar el matraz sobre la parrilla eléctrica y calentar hasta llegar al punto de ebullición, retirar de la parrilla y dejar enfriar.
- d) Tomar de 2 mL a 3 mL de sobrenadante, colocarlo en un tubo de ensayo y observar sobre un fondo blanco.



- e) Agregar unas gotas de lugol.

8.3.4 Informe de la prueba

8.3.4.1 Interpretación de resultados

- a) Si aparece una coloración azul intenso indica la presencia de almidón y la prueba se expresa como "positiva".
- b) Si aparece una coloración rojiza el resultado de la prueba debe expresarse como "negativo".

El informe de la prueba debe incluir los datos establecidos en 8.1.7 de esta norma, reportando el resultado de acuerdo a lo indicado en la tabla 1 (véase 6.3).

8.4 Determinación de pH

8.4.1 Resumen

El método se basa en la medición electrométrica de la actividad de los iones hidrógeno presentes en una muestra de café soluble utilizando un potenciómetro.

8.4.2 Aparatos y materiales

- Balanza digital de precisión con sensibilidad de 0,1 g;
- Potenciómetro pH 32 ó similar;
- Matraz volumétrico de 100 mL;
- Vaso de precipitado de 100 mL;
- Cuchara sopera;
- Varillas para agitador de vidrio;
- Solución estándar de pH 4, y
- Solución estándar de pH 7.

8.4.3 Procedimiento

La prueba debe hacerse por duplicado.



8.4.3.1 Pesar en un vaso de precipitado de 100 mL, 1 g de muestra de café soluble dependiendo de los siguientes casos:

a) Para el café puro soluble sólido, una vez conocida la humedad como se establece en el inciso 8.1 de esta norma, se realiza el siguiente cálculo:

$$\text{Peso del café húmedo, en g} = \frac{1}{100 - \% H} (100)$$

Donde:

% H es el porcentaje de humedad.

b) Para café soluble líquido o pasta; obtener el contenido de sólidos solubles de la muestra como se establece en el inciso 8.9 de esta norma y después realizar el siguiente cálculo:

$$\text{Peso del extracto, en g} = \frac{1}{\% SS} (100)$$

Donde:

% SS es el porcentaje de sólidos solubles.

8.4.3.2 Disolver la muestra con ± 30 mL de agua destilada (pH 5-7) y llevarla a un matraz volumétrico de 100 mL, enjuagando el vaso y el agitador con otros 20 mL y también depositarlos en el matraz. Aforar cuidadosamente con agua destilada evitando la formación de espuma.

8.4.3.3 Homogeneizar la muestra y ponerla en un vaso de precipitado de 100 mL.



8.4.3.4 Colocar el electrodo y el termocompensador de temperatura en el interior del vaso que contiene la solución a medir, ajustando previamente el instrumento con los estándares de pH 4 y pH 7.

8.4.3.5 Una vez colocada la muestra, girar levemente el vaso para desalojar posibles burbujas alrededor del electrodo y presionar la tecla de encendido del instrumento, dejando que la temperatura se estabilice y ahora presionar la tecla de pH del instrumento volver a repetir la medición en unidades de pH, repetir esta operación en lapsos de 30 s entre cada lectura hasta que el valor proporcionado no varíe.

8.4.4 Expresión de resultados

La lectura proporcionada por el equipo, debe ser el resultado que se reporta directamente como unidades de pH.

8.4.5 Repetibilidad

No debe exceder de 0,05

8.4.6 Reproducibilidad

No debe exceder de 0,15.

8.4.7 Informe de la prueba

El informe de prueba debe incluir los datos establecidos en 8.1.7, de este proyecto de norma; reportando el resultado considerando la tabla 1 (véase 6.3).

8.5 Determinación de carbohidratos

8.5.1 Resumen

El análisis de carbohidratos en café soluble permite determinar alteraciones en el producto debidas a posibles fallas en el proceso o por adulteraciones. Para la determinación de carbohidratos, se distinguen dos tipos de análisis:

- a) La determinación de carbohidratos libres, consiste en analizar los azúcares que pueden ser extraídos del café soluble al ser éste diluido en agua.



- b) La determinación de carbohidratos totales, consiste en analizar los azúcares que se obtienen al someter el producto sólido a una hidrólisis ácida.

Ambas determinaciones requieren separar la mezcla de azúcares que ha sido extraída de las muestras mediante cromatografía líquida de alta presión, lo cual requiere una columna empacada con una resina de intercambio aniónico pelicular de poliestireno-divinil-benceno, utilizando agua de-ionizada como fase móvil. Los azúcares separados son detectados en línea mediante un monitor electroquímico, el cual requiere la adición post-columna de una solución de alto pH (NaOH) para lograr la detección por pulsos amperométricos.

Esta metodología posee varias ventajas siendo las más importantes: a) la posibilidad de separar los principales azúcares contenidos en el café soluble en una sola corrida, b) una alta sensibilidad y c) además de la hidrólisis ácida realizada en la determinación de carbohidratos totales, no se requiere derivatizar ni modificar químicamente a la muestra.

8.5.2 Aparatos y materiales

- Balanza analítica con precisión de $\pm 0,1$ mg;
- Sistema de filtración al vacío;
- Baño de agua con capacidad de calentar a $100\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$;
- Plancha de calentamiento con capacidad de calentar a $100\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ con sistema de agitación magnética;
- Cromatógrafo de líquidos HPLC con bomba cuaternaria, degasificador de solventes en línea, bomba isocrática para adición de NaOH post-columna y detector electroquímico con electrodo de trabajo de oro para detección por pulsos amperométricos (véase nota 7);
- Columna cromatográfica (véase nota 8): $10\text{ }\mu\text{m}$, $250\text{ mm} \times 4\text{ mm}$;
- Matraz volumétrico de 10 mL y 100 mL;
- Pipetas volumétricas de 1 mL y 5 mL;
- Perilla de succión;
- Probeta graduada de 500 mL;
- Agitador de vidrio;
- Espátulas;
- Tubos de ensaye;
- Vasos de precipitados;
- Matraz Kitasato 1 L;
- Filtros membrana para jeringa (1-2 cm) de $0,45\text{ }\mu\text{m}$;



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

NMX-F-139-SCFI-2010
19/45

- Sistema de filtración de solventes HPLC;
- Papel filtro No. 1;
- Cartuchos de extracción desechables de fase inversa C18 ó equivalente, y
- Cartuchos desechables con resina sulfonada de alta capacidad de intercambio catiónico.

NOTA 7: Se puede utilizar un cromatógrafo equipado con un detector electroquímico. Es importante que las bombas y tuberías del equipo soporten operación a altas concentraciones de NaOH (hasta 0,5M).

NOTA 8: Se recomienda utilizar una pre-columna para aumentar el tiempo de vida útil de la columna analítica.

8.5.3 Reactivos

- Agua desionizada (véase nota 9);
- Soluciones stock de carbohidratos de referencia (véase nota 10) de arabinosa, ramnosa, fructosa, galactosa, glucosa, manosa, sacarosa manitol y ribosa. Se recomienda una concentración de 1 000 mg/mL de cada stock (pesar 100 mg de azúcar y diluir en 100 mL de agua desionizada). Para su utilización, estas soluciones stock deben ser diluidas a la concentración adecuada (10 ppm a 20 ppm);
- Hidróxido de sodio, solución al 50 % p/p reactivo (véase nota 11);
- Ácido clorhídrico 1 M (véase nota 12), y
- Metanol absoluto grado reactivo.

NOTA 9: Se requiere agua con la mayor pureza posible, ya que el bióxido de carbono disuelto afecta seriamente la resolución de la columna cromatográfica. Para mejores resultados se recomienda purificar agua a través de un sistema de manofiltración o equivalente. No se recomienda utilizar agua de HPLC embotellada.

NOTA 10: Los carbohidratos de referencia en polvo.

NOTA 11: No se recomienda utilizar NaOH sólido en pellets, ya que éste tiende a adsorber grandes cantidades de CO₂ al diluirse en agua.

NOTA 12: Se recomienda utilizar una solución volumétrica valorada



preparada comercialmente.

8.5.4 Procedimiento

8.5.4.1 Acondicionamiento de la columna

La columna analítica debe acondicionarse para su uso antes de realizar las inyecciones de las muestras, lavando por 2 h con una solución de hidróxido de sodio 300 mM y equilibrando con agua desionizada durante 40 min.

8.5.4.2 Preparación de muestras

8.5.4.2.1 Determinación de carbohidratos libres

Pesar 300 mg (± 10 mg) de la muestra previamente pulverizada y homogenizada directamente en un matraz volumétrico de 100 mL. Agregar aproximadamente 70 mL de agua desmineralizada y agitar hasta que se disuelva totalmente. Aforar con agua desmineralizada.

Posteriormente, pasar 5 mL - 10 mL de esta solución por un cartucho C18 previamente activado (véase nota 13), descartando los primeros 2 mL y recuperando el volumen restante. Antes de inyectar al cromatógrafo, la muestra debe ser pasada a través del filtro de membrana.

NOTA 13: Los cartuchos C18 son activados previamente a su uso, lavando con 5 mL de metanol absoluto y equilibrando con 20 mL de agua desionizada.

8.5.4.2.2 Determinación de carbohidratos totales

Pesar 300 mg ($\pm 0,1$ mg) de la muestra previamente pulverizada y homogenizada directamente en un matraz volumétrico de 100 mL. Agregar 50 mL de ácido clorhídrico 1 M y agitar. Colocar el matraz en un baño de agua hirviendo por 150 min manteniendo el nivel de la solución muestra debajo del nivel del agua en el baño. Mezclar la solución a mano cada 30 min.

Transcurrido el tiempo de digestión, dejar enfriar la solución hasta temperatura ambiente y aforar con agua desionizada. Filtrar la solución a través de un papel filtro, descartando los primeros mililitros, posteriormente, tomar 3 mL del filtrado y pasarlos a través de un cartucho de intercambio catiónico. Descartar el primer mililitro y coleccionar la solución restante. Pasar la solución hidrolizada por un filtro de membrana para jeringa e inyectar al cromatógrafo.



8.5.4.3 Condiciones cromatográficas

Para facilitar la identificación de los carbohidratos en las muestras problema, se recomienda inyectar una mezcla de azúcares de referencia (10 ppm a 20 ppm de cada estándar) al iniciar una serie analítica (véase nota 14).

NOTA 14: Para auxiliar la detección de los azúcares en las muestras, se recomienda adicionar 10 ppm de ribosa como estándar interno, tanto a la mezcla de azúcares de referencia como a las muestras problema.

Antes de inyectar la muestra, la columna de intercambio aniónico debe estar equilibrada con agua desionizada, misma que será utilizada como eluyente durante toda la corrida analítica. Al salir de la columna y antes de pasar al detector, el eluyente se combina con una solución de hidróxido de sodio 300 mM mediante una conexión "T" de mezclado. La velocidad de flujo del eluyente se mantiene a 1 mL/min. La velocidad de flujo del reactivo postcolumna se mantiene a 0,6 mL/min.

El detector electroquímico se opera en la modalidad de pulsos amperométricos. Para la programación del detector, se utiliza un potencial de detección de 0,15V durante 200 ms, un potencial de oxidación de 0,65V durante 50 ms y un potencial de reducción de -0,95V durante 50 ms (véase nota 15).

La muestra se aplica a la columna de intercambio aniónico con un volumen de inyección de 20 µL. La corrida analítica se realizará de acuerdo con la siguiente secuencia:

- a) Elución isocrática con agua desionizada durante 50 min (véase nota 16).
- b) Lavado con NaOH 0,4M durante 20 min para limpiar cualquier impureza que haya quedado en la columna (véase nota 17).
- c) Re-equilibrio con agua desionizada durante 20 min antes de volver a inyectar la siguiente muestra (véase nota 18).

NOTA 15: Se recomienda verificar con el fabricante del detector electroquímico las condiciones óptimas para detección de carbohidratos, ya que éstas pueden variar dependiendo de la marca del detector.

NOTA 16: En la mayor parte de las columnas, el tiempo de retención de la

ribosa, que es comúnmente utilizado como estándar interno oscila entre los 45 min y 48 min, sin embargo, se recomienda calibrar cada columna para conocer el tiempo óptimo de elusión de este azúcar, tomado en cuenta que puede ser mayor a 50 min.

NOTA 17: En ocasiones, este lavado es insuficiente para limpiar la columna adecuadamente, lo cual ocasiona una reducción drástica de la resolución de la misma. Cuando esto ocurra, se recomienda seguir los procedimientos de lavado indicados por el fabricante de la columna.

NOTA 18: En muchos casos, dependiendo de la pureza del solvente (bajo contenido de CO₂) es posible omitir los pasos de lavado y re-equilibrio de la columna durante varias corridas. Cuando se observe una disminución en la resolución de la columna es necesario realizar el lavado.

8.5.4.4 Expresión de resultados

8.5.4.4.1 Método de cálculo y fórmula:

$$W = \frac{A. Mo. V}{Ao. M. Vo.} (100)$$

Donde:

- A es el área o altura del pico del carbohidrato a cuantificar en la muestra;
- Ao es el área o altura del pico del carbohidrato a cuantificar en la solución estándar;
- M es la masa en gramos de la muestra en base seca;
- Mo es la masa en gramos del carbohidrato en la solución estándar;
- V es el volumen en mililitros de la solución de la muestra, y
- Vo es el volumen en milímetros de la solución estándar.

8.5.4.5 Repetibilidad y reproducibilidad

Los valores de repetibilidad y reproducibilidad no deben exceder lo que se indica a continuación:



8.5.4.5.1 Repetibilidad

Se estipula que si el contenido de un carbohidrato es mayor a 0,3% (m/m), los datos muestran que la desviación relativa estándar dará el promedio de 4,5%.

8.5.4.5.2 Reproducibilidad

Se estipula que si el contenido de un carbohidrato es mayor a 0,3% (m/m), los datos muestran que la desviación relativa estándar dará el promedio de 14,3% (excepto para datos de fructosa). Con un contenido menor a 0,3% (m/m), el coeficiente de variación incrementa agudamente.

8.5.4.6 Informe de la prueba

El informe de prueba debe incluir el cromatograma y los datos establecidos en el inciso 8.1.7 de esta norma; reportando el resultado de acuerdo a lo indicado en la tabla 1 (véase 6.3).

8.6 Determinación de partículas insolubles (sedimentos)

8.6.1 Resumen

Disolución de una muestra de café soluble en agua, filtración con papel filtro estándar para leche y comparación de cantidad y tamaño de partículas retenidas en el filtro con el estándar de filtración de sedimentos.

8.6.2 Aparatos y materiales

- Balanza digital con sensibilidad de 0,01 g;
- Embudo de filtración para sedimentos, acorde con el esquema que se presenta en la figura 2 de esta norma, con un área de filtración de 30 mm;
- Vasos de precipitado de 600 mL;
- Agitador de vidrio;
- Estándar de filtración de sedimentos para leche (véase figura 1 e inciso 6.4 de esta norma);
- Filtro para prueba de sedimentos para retener partículas de hasta



1,6 μm ;

- Cuchara sopera, y
- Agua destilada a punto de ebullición y a temperatura ambiente (20°C a 25°C, aprox.).

8.6.3 Procedimiento

La prueba debe realizarse por duplicado.

8.6.3.1 Para café soluble sólido

- a) Pesar en un vaso de precipitado de 600 mL, 5 g base seca de muestra de café soluble.
- b) Adicionar 300 mL de agua destilada caliente a 90°C \pm 5°C (a punto de hervor) y disolver perfectamente la muestra con ayuda de un agitador de vidrio.
- c) Colocar un filtro perfectamente identificado en el embudo de filtración.
- d) Vaciar en el interior del embudo de filtración la disolución obtenida en el inciso (b), al mismo tiempo abrir la llave de agua adjunta para ayudar a la filtración de la muestra.
- e) Enjuagar el agitador y el vaso de precipitados con otros 300 mL de agua destilada caliente a 90°C \pm 5°C y depositar también esta agua de enjuague en el interior del embudo de filtración.
- f) Enjuagar el vaso con 100 mL de agua a temperatura ambiente y también vertir el agua de este enjuague al embudo de filtración. Repetir esta operación otras dos veces.

8.6.3.2 Para café soluble líquido o pasta

- a) El peso de la muestra a considerar debe ser:

$$\text{Peso del extracto líquido en g} = \frac{5}{\% \text{ sólidos solubles}} (100)$$

El contenido de sólidos solubles debe determinarse como se establece en el inciso 8.9 de esta norma.

- b) Continuar con el procedimiento a partir del inciso b) del inciso 8.6.3.1 de esta norma.

8.6.4 Expresión de resultados

- a) Una vez filtrada la muestra, sacar el filtro del embudo y comparar con el estándar (véase figura 1).
- b) Una vez realizada la comparación, realizar el doblez que se indica en el filtro, anotando en el mismo el resultado de la comparación.
- c) Reportar el resultado de acuerdo a la nota (nombre o letra) que corresponda del estándar.

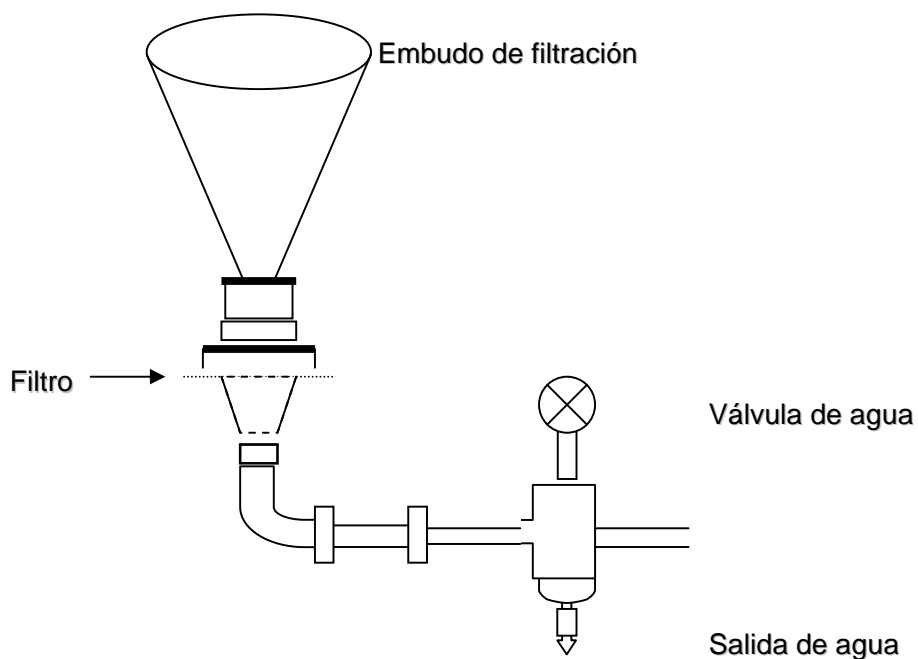


FIGURA 2.- Sistema de filtración para el análisis de sedimentos

8.7 Determinación del contenido de cafeína



Se determina siguiendo cualquiera de los métodos establecidos en la norma mexicana NMX-F-552-SCFI-2009 (véase 3 Referencias) con las siguientes adecuaciones.

8.7.1 Determinación de cafeína por medición espectrofotométrica

Se determina siguiendo el método establecido en 9.1.2 de la norma mexicana NMX-F-552-SCFI (véase 3 Referencias), aplicando los incisos que en la descripción de este método se mencionan.

8.7.1.1 Resumen

El que se establece en 9.1.2.1 de la norma mexicana NMX-F-552-SCFI-2009 (véase 3 Referencias).

8.7.1.2 Reactivos

Los que se establecen en 9.1.2.2 de la norma mexicana NMX-F-552-SCFI-2009 (véase 3 Referencias).

8.7.1.3 Aparatos y materiales

Los que se establecen en 9.1.2.3 de la norma mexicana NMX-F-552-SCFI-2009 (véase 3 Referencias).

8.7.1.4 Procedimiento

8.7.1.4.1 Determinación del contenido de materia seca

Lo que se establece en 8.1 de esta norma (véase 8 Métodos de prueba).

8.7.1.4.2 Porción de prueba

8.7.1.4.2.1 Para café soluble sin descafeinar, sólido, líquido o en pasta.

- a) Para café soluble sólido pesar sobre un vaso de precipitado 0,5 g con una precisión de 0,1 mg.
- b) Para café soluble líquido o en pasta, pesar de 1 g a 2,5 g dependiendo de la concentración del producto cuidando que

corresponda a 0,5 g de sólidos.

- c) Posteriormente adicionar con pipeta volumétrica, 5 mL de la solución de hidróxido de amonio, homogeneizar y calentar en baño María por espacio de 2 min, agitando el vaso en el transcurso de este tiempo.
- d) Transcurridos los 2 min, sacar el vaso con la muestra, enfriar a temperatura ambiente y transferir el contenido a un matraz volumétrico de 100 mL, diluir a aforo con agua destilada y mezclar.
- e) Dejar que la solución turbia sedimente y después transferir con pipeta volumétrica 2 mL de esta solución a un vaso de precipitado, agregar 3 g de tierra diatomácea y mezclar cuidadosamente.

8.7.1.4.2.2 Para café soluble descafeinado sólido, líquido o en pasta

Realizar lo establecido en a), b) y c) del 8.7.1.4.2.1 y continuar con lo siguiente:

- d) Transcurridos los 2 min, sacar el vaso con la muestra, enfriar a temperatura ambiente.
- e) Para café soluble sólido agregar 6 g de tierra diatomácea y mezclar cuidadosamente.
- f) Para café soluble líquido o en pasta agregar 7 g a 8 g de tierra diatomácea y mezclar cuidadosamente.

8.7.1.5 Determinación

Lo que se establece en 9.1.2.5 de la norma mexicana NMX-F-552-SCFI-2009 (véase 3 Referencias).

8.7.1.6 Expresión de resultados

8.7.1.6.1 Método de cálculo y fórmula

- El contenido de cafeína en café soluble sin descafeinar sólido, líquido o pasta, expresado en gramos por 100 g de materia seca será igual a:



(25) (106) (C) (A1)
(A2) (m) (P)

- Para el café soluble descafeinado, sólido, líquido o en pasta expresada en gramos por 100 g de materia seca será igual a:

(5) (105) (C) (A1)
(A2) (m) (P)

Donde:

- C es la concentración, en gramos por mililitro de cafeína en la solución de referencia;
- A1 es la absorbancia corregida del extracto purificado obtenida en la medición de la solución de prueba;
- A2 es la absorbancia corregida de la solución de referencia de cafeína en la medición de la solución de referencia;
- m es la masa en gramos de la porción de prueba;
- P es el contenido de materia seca expresada como porcentaje de la masa, de la muestra, y
- λ es la longitud de onda de máxima absorbancia (alrededor de 276 nm).

$$(A1)\lambda - \frac{(A1)\lambda - 30 \text{ nm} + (A1)\lambda + 30 \text{ nm}}{2}$$

$$(A2)\lambda - 30 \text{ nm} + (A2)\lambda + 30 \text{ nm}$$



(A2) λ - _____
2

8.7.1.6.2 Resultados

Los que se establecen en 9.1.2.6, letra b), de la norma mexicana NMX-F-552-SCFI-2009 (véase 3 Referencias).

8.7.1.7 Repetibilidad y reproducibilidad

Los valores de repetibilidad y reproducibilidad no deben exceder lo que se indica a continuación:

Muestra de café soluble	Cantidad de cafeína (g/100 g de café)	Repetibilidad g de cafeína/100 g de café	Reproducibilidad g de cafeína/100 g de café
Sin descafeinar	Aproximadamente 4	0,17	0,39
	Aproximadamente 2	0,12	0,20
Descafeinado	< 0,3	0,01	0,01

8.7.1.8 Informe de la prueba

El informe de prueba debe incluir los datos establecidos en 8.1.7 de esta norma; reportando el resultado de acuerdo a lo indicado en la tabla 1 (véase 6.3).

8.7.2 Determinación de cafeína utilizando Cromatógrafo de líquidos (HPLC)

8.7.2.1 Resumen

El café soluble, corresponde a la fracción polar de los sólidos del café. Esta fracción, ha dejado, su complicada matriz original para constituir una matriz frágil libre de ceras y otros compuestos de origen lipídico que complica el análisis, como es en el caso del café en grano. Prácticamente toda la cafeína de estas muestras queda totalmente expuesta al disolverse el café soluble en una fase acuosa, gracias a estas características, el análisis de cafeína en este



producto, no requiere una digestión previa con Oxido de Magnesio, ni purificación alguna en columnas de Extracción en Fase Solida (SPE), por lo que el método es mas preciso y mas exacto. El método aplica para la determinación de cafeína en café soluble descafeinado y sin descafeinar, y consiste básicamente en una disolución acuosa de la muestra, y la cuantificación de la cafeína por HPLC.

8.7.2.2 Reactivos

Usar solo reactivos grado analítico, agua destilada desmineralizada, filtrada y soluciones desgasificadas (para la fase móvil).

8.7.2.2.1 Cafeína pura y anhidra, al menos grado USP, para preparar soluciones patrón.

8.7.2.2.2 Agua desionizada, tipo 1 grado HPLC (Resistividad $18 \pm 1 \text{ M}\Omega$).

8.7.2.2.3 Ácido orto-fosfórico al 85 % grado analítico.

8.7.2.2.4 Metanol grado HPLC.

8.7.2.3 Preparación de soluciones.

8.7.2.3.1 Solución patrón de cafeína (0,5 mg/mL). Pesar en una balanza analítica $25 \pm 0.2 \text{ mg}$ de cafeína seca en un matraz aforado de 50 mL. Con ayuda de un baño de ultrasonido, disuelva en aproximadamente 25 mL de agua desionizada grado HPLC; ya disuelto, adicionar agua hasta el aforo.

8.7.2.3.2 Solución estándar de cafeína (0,005 mg/mL). Con pipeta volumétrica, tomar una alícuota de 1 mL de la solución patrón de cafeína y transferirlos a un matraz volumétrico de 100 mL que contiene agua grado HPLC. Homogenice y adicione agua hasta el aforo.

8.7.2.3.3 Ácido orto-fosfórico diluido, tomar 1 mL de ácido orto-fosfórico al 85 % grado analítico y depositar en un matraz aforado de 100 mL al que previamente se ha adicionado agua; a continuación, adicionar agua hasta el aforo.

8.7.2.3.4 Fase Móvil. Mezclar metanol y agua 25:75 v/v, en un matraz aforado de 2 litros. Depositar 500 mL de agua, adicionar 4 mL de



ácido orto-fosfórico diluido y mezclar. Adicionar 500 mL de metanol y adicionar agua hasta el aforo.

8.7.2.4 Aparatos y materiales.

8.7.2.4.1 Cromatógrafo de líquidos de alta resolución. Equipado con detector ultravioleta a 272 nm.

8.7.2.4.2 Columna cromatográfica para HPLC, C-18, de 150 mm de longitud, 4.6 mm de diámetro, con tamaño de partículas de 5 µm, u equivalente.

8.7.2.4.3 Balanza Analítica, con exactitud de 0.0001 g.

8.7.2.4.4 Baño de Ultrasonido.

8.7.2.4.5 Sistema de filtración de solventes para HPLC.

8.7.2.4.6 Espátula de acero inoxidable.

8.7.2.4.7 Jeringa desechable de 5 mL.

8.7.2.4.8 Matraz aforado de 50 mL clase A.

8.7.2.4.9 Matraz aforado de 100 mL clase A.

8.7.2.4.10 Pipeta volumétrica de 1 y 5 mL.

8.7.2.4.11 Pipeta graduada de 10 mL.

8.7.2.4.12 Filtro con membrana de nylon, con tamaño de poro 0,20 µm y 13 mm de diámetro ó equivalente.

8.7.2.5 Procedimiento.

8.7.2.5.1 Preparación de la muestra de café soluble descafeinado y sin descafeinar.

En un matraz aforado de 100 mL pesar en balanza analítica de 300 a 400 mg de muestra. Adicionar agua grado HPLC y someter la muestra a baño de



ultrasonido durante 5 min. Acondicionar a temperatura ambiente y aforar con agua grado HPLC. De la solución anterior tomar con pipeta volumétrica 5 mL y verter en un matraz aforado de 100 mL; adicionar agua hasta el aforo. Filtrar una porción de la muestra con un filtro de membrana de 0,20 µm y recolectar en un vial. Inyectar al cromatógrafo 10 µl de la muestra.

8.7.2.5.2 Condiciones de operación.

El método es isocrático, con una fase móvil metanol-agua 25:75 v/v, con una velocidad de flujo de 1.5 mL/min a 272 nm y un volumen de inyección de 10 µl.

8.7.2.6 Cuantificación.

Previamente a la inyección de la muestra, se inyecta la solución estándar (8.7.2.3.2), en idénticas condiciones a la muestra, confirmando la repetibilidad de este. La cuantificación se lleva al cabo por el método del estándar externo de un nivel. La expresión del resultado se da en g cafeína/100 g de muestra en café soluble descafeinado y sin descafeinar. Efectuar el cálculo correspondiente para su expresión en base seca, de acuerdo a la humedad del producto.

$$\frac{A_m}{A_s} \times \frac{P_e}{P_m} \times \frac{100 \times 100}{(50)(100)(5)} \times 100$$

Donde:

A_m es el área del pico de la cafeína obtenida en la muestra
 A_s es el promedio del área del pico de la cafeína obtenida en la solución estándar.
 P_e es la masa de cafeína pura en mg
 P_m es la masa de la muestra en mg

8.7.2.7 Repetibilidad y reproducibilidad.

Los valores de Repetibilidad y Reproducibilidad no deben exceder a lo que se indica a continuación:

Muestra de café soluble	Cantidad de cafeína	Repetibilidad g de	Reproducibilidad g de cafeína/100
-------------------------	---------------------	--------------------	-----------------------------------

	(g/100 g de café)	cafeína/100 g de café	g de café
Sin descafeinar	Aproximadamente 4	0,06	0,30
Descafeinado	< 0,3	0,02	0,02

8.7.2.8 Informe de la prueba.

El informe de prueba debe incluir los datos establecidos en 8.1.7 de esta norma; reportando el resultado de acuerdo a lo indicado en la tabla 1 (véase 6.3).

8.8 Determinación de solventes residuales

8.8.1 Resumen

El que se establece en 9.2.1 de la norma mexicana NMX-F-552-SCFI (véase 3 Referencias).

8.8.2 Reactivos

Los que se establecen en 9.2.2 de la norma mexicana NMX-F-552-SCFI (véase 3 Referencias).

8.8.3 Aparatos y materiales

Los que se establecen en 9.2.3 de la norma mexicana NMX-F-552-SCFI (véase 3 Referencias).

8.8.4 Procedimiento

8.8.4.1 Toma de muestra

De la muestra representativa, pesar una porción de 50 g de café soluble descafeinado.

8.8.4.2 Determinación

- a) Calentar el horno a una temperatura de $950^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ y ajustar el flujo de aire a 5 l/h.
- b) Conectar al aparato la botella de absorción (M) conteniendo 10 mL



de la dilución de la solución alcalina de trióxido de arsénico.

- c) Introducir una porción de la muestra en el frasco de destilación y adicionar agua fría (300 mL). Si se requiere adicionar agente antiespumante. Conectar herméticamente el frasco al aparato por medio de pinzas y cambiar la dirección de flujo con dirección al horno de pirolisis. Calentar y dejar a ebullición por 30 min.

- c) Al terminar la destilación, desconectar la botella de absorción (M).

8.8.4.3 Titulación potenciométrica

Lo que se establece en 9.2.4.3 de la norma mexicana NMX-F-552-SCFI (véase 3 Referencias).

8.8.4.4 Blanco testigo

Lo que se establece en 9.2.4.4 de la norma mexicana NMX-F-552-SCFI (véase 3 Referencias).

8.8.5 Número de determinaciones

Se recomienda que las determinaciones que se realicen sean por duplicado.

8.8.6 Expresión de resultados

Lo que se establece en 9.2.6 de la norma mexicana NMX-F-552-SCFI (véase 3 Referencias).

8.8.7 Repetibilidad y reproducibilidad

Lo que se establece en 9.2.7 de la norma mexicana NMX-F-552-SCFI (véase 3 Referencias).

8.9 Determinación de sólidos solubles

El contenido de sólidos solubles se determina siguiendo el método de prueba establecido en la norma oficial mexicana NOM-116-SSA1 (véase 3 Referencias), aplicando los incisos que en la descripción de este método se mencionan.



8.9.1 Resumen

Este método se basa en que al añadir arena o gasa, se incrementa la superficie de contacto y la circulación del aire en la muestra, favoreciéndose así la evaporación durante el tratamiento térmico.

8.9.2 Aparatos y materiales

- Estufa con termostato para mantener una temperatura de $100^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$;
- Balanza analítica con precisión de 0,1 mg;
- Desecador;
- Pinzas para crisol;
- Cápsulas de níquel, aluminio o vidrio de 20 mm de altura y 50 mm de diámetro;
- Varilla de vidrio de 4 mm de diámetro;
- Material común de laboratorio, y
- Arena de mar purificada con ácido y calcinada (tamaño de partículas de 0,1 mm a 0,3 mm) o gasa.

8.9.3 Procedimiento

8.9.3.1 Preparación de las cápsulas

Para cada muestra preparar dos cápsulas con las siguientes características:

Cápsulas de níquel, aluminio o vidrio, con 30 g de arena como máximo, o gasa recortada al tamaño del fondo de la cápsula. Secar previamente las cápsulas entreabiertas (con arena o gasa), durante un mínimo de 2 h a $100^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$, e introducir en un desecador y dejar enfriar a temperatura ambiente y pesar con precisión de 0,1 mg.

8.9.3.2 Preparación de la muestra

- a) Justo antes de tomar la muestra, homogeneizarla bien, si es necesario, colocar el envase original en baño maría a 40°C para poner en suspensión los componentes que hayan podido

- separarse (por ejemplo grasa).
- b) Colocar en la cápsula preparada una cantidad de producto inferior a 10 g, volver a tapar la cápsula y pesar con precisión de 0,1 mg.
 - c) Para que se cumpla el grado de precisión, se recomienda utilizar una cantidad de muestra superior a 1 g y en los productos heterogéneos utilizar de 3 a 5 veces más la cantidad mínima propuesta.
 - d) Después de pesar, mezclar bien la muestra con arena o colocarla sobre la gasa.
 - e) Si la muestra lo requiere evaporar a sequedad, sin tapa, por medio de un baño maría. Durante la evaporación, el contenido de la cápsula debe removerse de vez en cuando al principio y más a menudo al final. Evitar las pérdidas de sustancia y arena.
 - f) Introducir en la estufa las cápsulas con la muestra previamente evaporada, cerrar la estufa y secar durante 4 h a $100\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$. Abrir la estufa, tapar las cápsulas y colocarlas en los desecadores. Dejar enfriar hasta temperatura ambiente y pesar inmediatamente con precisión de 0,1 mg.

Expresión de resultados

El contenido de sólidos solubles en la muestra se calcula con la siguiente fórmula expresada en por ciento:

$$\% \text{ de sólidos solubles} = \frac{m3 - m1}{m2 - m1}$$

Donde:

- m1 es el peso de las cápsulas con arena o gasa y tapas;
- m2 es el peso de las cápsulas con muestra, arena o gasa y tapas antes del secado, y
- m3 es el peso de las cápsulas con muestra, arena o gasa y tapas después del secado indicar el valor medio de la determinación por duplicado con un decimal.

8.9.5 Repetibilidad



No debe exceder de 0,1 g por 100 g de muestra.

Si el producto es homogéneo y la diferencia excede 0,1 g/100 g debe repetirse la operación. Sin embargo, para ciertas materias heterogéneas las diferencias admisibles pueden alcanzar de 0,3 g/100 g a 0,5 g/100 g.

8.10 Evaluación Sensorial

8.10.1 Resumen

Efectuar la evaluación degustativa del café soluble en disolución para determinar su calidad en taza.

8.10.2 Aparatos y materiales

- Balanza granataria con exactitud de 0,1 g;
- Parrilla o plancha para calentar, de gas o eléctrica;
- Recipiente para hervir agua (tipo tetera);
- Mesa giratoria con instalación de agua y escupideras anexas;
- Tazas de porcelana o vidrio termorresistente;
- Probeta graduada de 250 mL;
- Cucharas para catación de forma redonda con capacidad de 8 mL a 14 mL;
- Termómetro de 0°C a 100°C;
- Hojas de registro de catación, y
- Charolas para muestras de café.

8.10.3 Procedimiento

8.10.3.1 Preparación de las tazas para catación

- a) Tomar una muestra representativa (véase 7 Muestreo).
- b) Pesar la cantidad de muestra necesaria del producto, cuidando tener una concentración de 1,2 % p/v de café en cada una de las tazas de catación.



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

NMX-F-139-SCFI-2010
38/45

- c) Agregar agua a temperatura de ebullición para llegar a la concentración establecida. Se recomienda que el agua a utilizar contenga entre 100 mg/l y 200 mg/l de minerales disueltos. Puede utilizarse agua purificada.
- d) Es recomendable que en la catación de una muestra de café se realice mínimo en tres tazas.

8.10.3.2 Procedimiento de catación

- a) Evaluación del aroma.
 - Una vez añadida el agua hirviendo, se procede a efectuar la toma de aroma, para la cual se revuelve con el dorso de la cuchara la mezcla de polvo de café soluble y agua caliente, aspirando los vapores y gases liberados de la disolución.
 - Se debe tener cuidado de enjuagar la cuchara con agua caliente antes de detectar el aroma de la siguiente taza. Anotar en la hoja de registro los olores detectados.
- b) Evaluación de acidez, cuerpo y sabor.
 - Después de evaluar el aroma, las tazas se dejan en reposo para permitir que todo el café se disuelva y la disolución tome la temperatura que el paladar del catador soporte, ésta puede ser de $60^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$.
 - Tomar una cucharada de la disolución y sorber fuertemente, procurando atomizarla dentro de la boca, para permitir mayor interacción entre el olfato y las papilas gustativas. El sorbo de café debe retenerse en la boca y al mismo tiempo que se perciben las sensaciones gustativas características de la disolución, se hace una evaluación crítica de las mismas.
 - No debe tragarse el sorbo de la disolución a fin de no influir en las tazas siguientes, por lo que debe desecharse en la escupidera.
 - Registrar los resultados en las hojas correspondientes, en los casos en que exista duda en los resultados, debe repetirse la prueba desde la preparación de la muestra.



- Se recomienda enjuagar la boca frecuentemente con agua tibia para eliminar los sabores residuales (especialmente cuando son persistentes) y para refrescarse la boca y comer un pedacito de pan blanco entre cataciones para quitar los sabores persistentes (especialmente cuando se desea neutralizar el sabor ácido del café).

8.10.4 Expresión de resultados

- a) Califique los atributos de aroma, acidez, cuerpo y sabor de cada taza de acuerdo a la clasificación indicada en la tabla 3 (véase 6.5), partiendo de la categoría óptima, debe cumplir con lo especificado para esta categoría en todos los atributos (aroma, acidez, cuerpo y sabor), en caso de que alguno no corresponda al intervalo, pasar a la siguiente categoría y así sucesivamente.
- b) Obtener la moda para cada atributo de las tazas catadas.

8.10.5 Informe de la prueba

El informe de prueba debe incluir los datos establecidos en 8.1.7 de esta norma; reportando el resultado de acuerdo a lo indicado en la tabla 3 (véase 6.5).

8.11 Determinación microbiológica 1

NOTA 19: Se permite el uso de "estuches certificados" para esta determinación.

8.11.1 Determinación de coliformes totales

8.11.1.1 Resumen

El que se establece en el capítulo 2 de la norma oficial mexicana NOM-113-SSA1 (véase 3 Referencias).

8.11.1.2 Reactivos

Los que se establecen en el capítulo 6 de la norma oficial mexicana NOM-113-SSA1 (véase 3 Referencias).

8.11.1.3 Aparatos y materiales



Los que se establecen en el capítulo 7 de la norma oficial mexicana NOM-113-SSA1 (véase 3 Referencias).

8.11.1.4 Procedimiento

El que se establece en los capítulos 8 y 9 de la norma oficial mexicana NOM-113-SSA1 (véase 3 Referencias).

8.11.1.5 Expresión de resultados

Lo que se establece en el capítulo 10 de la norma oficial mexicana NOM-113-SSA1 (véase 3 Referencias).

8.11.1.6 Informe de la prueba

Lo que se establece en el capítulo 11 de la norma oficial mexicana NOM-113-SSA1 (véase 3 Referencias).

El informe de la prueba debe incluir los datos establecidos en 8.1.7 de esta norma; reportando el resultado de acuerdo a lo indicado en la tabla 2.

8.11.2 Determinación de hongos y levaduras

8.11.2.1 Resumen

El que se establece en el capítulo 2 de la norma oficial mexicana NOM-111-SSA1 (véase 3 Referencias).

8.11.2.2 Reactivos

Los que se establecen en el capítulo 6 de la norma oficial mexicana NOM-111-SSA1 (véase 3 Referencias).

8.11.2.3 Aparatos y materiales

Los que se establecen en el capítulo 7 de la norma oficial mexicana NOM-111-SSA1 (véase 3 Referencias).

8.11.2.4 Procedimiento

El que se establece en los capítulos 8 y 9 de la norma oficial mexicana NOM-



111-SSA1 (véase 3 Referencias).

8.11.2.5 Expresión de resultados

Lo que se establece en el capítulo 10 de la norma oficial mexicana NOM-111-SSA1 (véase 3 Referencias).

8.11.2.6 Informe de la prueba

Lo que se establece en el capítulo 11 de la norma oficial mexicana NOM-111-SSA1 (véase 3 Referencias).

El informe de la prueba debe incluir los datos establecidos en 8.1.7 de esta norma; reportando el resultado de acuerdo a lo indicado en la tabla 2.

9 ENVASADO

9.1 Envasado

El producto objeto de la aplicación de esta norma se debe envasar en recipientes cerrados, fabricados de un material resistente e inocuo, que garantice la estabilidad del mismo, que evite su contaminación y no altere su calidad.

9.2 Etiquetado

El producto objeto de la aplicación de esta norma previamente envasado debe cumplir con las especificaciones establecidas en la norma oficial mexicana NOM-051-SCFI-1994 (véase 3 Referencias y artículo único transitorio), con las siguientes adecuaciones y excepciones:

9.2.1 Requisitos mínimos de información

Nombre o denominación: El producto objeto de la aplicación de esta norma para cualquiera de las clasificaciones indicadas en el capítulo 5 Clasificación y designación del producto, se debe denominar:

- Café puro soluble, cuando se trata de café sin descafeinar, y
- Café puro soluble descafeinado, cuando se trata de café



descafeinado.

Esta información debe aparecer en la superficie principal de exhibición del producto pudiéndose combinar el orden de las palabras de la denominación o usar 100 % puro, siempre y cuando prevalezca la alusión a la pureza del producto y que dicha información no induzca a confusión, error o engaño del consumidor.

Puede incluirse: la identificación de sólido, líquido o pasta conforme a lo indicado en el capítulo 5 clasificación y designación del producto y las instrucciones para el uso y conservación del producto.

9.2.2 Información adicional

Pueden tomarse como referencia las clasificaciones y especificaciones señaladas en los capítulos 5 y 6 de la presente norma, así como el 4.3 de la norma oficial mexicana NOM-051-SCFI/SSA1 2010 (véase 3 Referencias).

10 VIGENCIA

La presente norma mexicana entrará en vigor 60 días naturales después de la publicación de su declaratoria de vigencia en el Diario Oficial de la Federación.

11 BIBLIOGRAFÍA

- | | |
|---------------------|--|
| NOM-008-SCFI-2002 | Sistema General de Unidades de Medida, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 27 de noviembre de 2002. |
| NMX-F-107-SCFI-2008 | Café Verde en sacos – Muestreo. Declaratoria de Vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 1 de julio de 2008. |
| NMX-F-162-SCFI-2008 | Café verde - Tabla de defectos. Declaratoria de Vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 1 de julio de del 15 de enero de 2008. |



NMX-F-140-SCFI-1968	Café soluble descafeinado. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 28 de marzo de 1968.
NMX-F-176-SCFI-2008	Café verde – Determinación de la pérdida de masa a 105°C. Declaratoria de Vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 2 de septiembre de 2008.
NMX-F-177-SCFI-2009	Café verde de especialidad – Especificaciones, Clasificación y Evaluación Sensorial. Declaratoria de Vigencia publicada en el Diario Oficial de Federación el 5 de agosto de 2009.
NMX-F-317-S-1978	Determinación del pH en alimentos. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 23 de mayo de 1978.
NMX-F-607-NORMEX-2002	Alimentos - Determinación de cenizas en alimentos – Método de prueba. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 3 de mayo de 2002.
NMX-Z-013/1-1977	Guía para la redacción, estructuración y presentación de las normas mexicanas. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación 31 de octubre de 1977.
NMX-Z-013/2-1981	Guía para la redacción, estructuración y presentación de las normas mexicanas. - Parte 2: Materias primas y productos farmacéuticos. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación 14 de mayo de 1981.



ISO-1446-2001	Green coffee -- Determination of water content - - Basic reference method. Edition 2. Organización Internacional de Normalización. Ginebra, Suiza. Diciembre, 2001.
ISO-3509-2005	Coffee and its products - Vocabulary. Edition 4. Organización Internacional de Normalización. Ginebra, Suiza. Noviembre 2005.
ISO 3726:1983	Instant coffee. Determination of loss in mass at 70oC under reduced pressure.
ISO-4052-1983	Coffee, determination of caffeine content (Reference method). Organización Internacional de Normalización. Ginebra, Suiza. Junio, 1983.
ISO-4072-1982	Green coffee in bags - Sampling. Organización Internacional de Normalización. Ginebra, Suiza. Diciembre, 1982.
ISO-4149-2005	Green Coffee - Olfactory and visual examination and determination of foreign matter and defects. Organización Internacional de Normalización. Ginebra, Suiza. Marzo, 2005.
ISO-4150-1991	Green coffee - Size analysis - Manual sieving. Organización Internacional de Normalización. Ginebra, Suiza. Junio, 1991.
ISO-6668-2008	Green coffee - Preparation of samples for use in sensory analysis. Organización Internacional de Normalización. Ginebra, Suiza. Mayo, 2008.



ISO 6670:1983	Instant coffee in cases with liners - Sampling.
ISO 7534:1985	Instant coffee. Determination of insoluble matter content (norma cancelada en 1996).
ISO-20481-2008	Coffee, determination of caffeine content, method using high performance liquid chromatography. Organización Internacional de Normalización. Ginebra, Suiza. 2008.
ISO-10470-2004	Green coffee - Defects reference chart. Organización Internacional de Normalización. Ginebra, Suiza. Septiembre, 2004.
ISO 11292:1995	Instant coffee. Determination of free and total carbohydrate contents. Method using high performance anion-exchange chromatography.

12 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma mexicana coincide básicamente con la norma 3726:1983 en el apartado de definiciones; con la norma internacional ISO 4052:1983 en el apartado de determinación de contenido de cafeína por espectrometría; con la norma internacional ISO 6668:2008 en el apartado de preparación de muestras para su análisis sensorial; con la norma internacional ISO 20481:2008 en el apartado de determinación de contenido de cafeína por cromatografía de alta resolución y con la norma internacional ISO 11294-1994 en el apartado de determinación de humedad en el grano tostado de café.

México D.F., a



SECRETARÍA DE
ECONOMÍA

NMX-F-139-SCFI-2010
46/45

CHRISTIAN TURÉGANO ROLDAN
DIRECTOR GENERAL DE NORMAS

JMRM/FLLL/PMR/LLE